### PCI/EP 03/03903

## BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 2 2 MAY 2003
WIPO PCT

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

102 17 232.3

Anmeldetag:

18. April 2002

Anmelder/inhaber:

Ticona GmbH, Kelsterbach/DE

Bezeichnung:

Gefüllte Granulate aus Polyethylenen hohen bzw.

ultrahohen Molekulargewichts und Verfahren zu

deren Herstellung

IPC:

A 9161

C 08 J, C 08 L, B 29 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 25. April 2003 Deutsches Patent- und Markenamt Der Präsident Im Auftrag

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

dioir

BEST AVAILABLE COPY

2002/G006

Ticona GmbH



Beschreibung

Gefüllte Granulate aus Polyethylenen hohen bzw. ultrahohen Molekulargewichts und Verfahren zu deren Herstellung

Die vorliegende Erfindung betrifft mit Zusätzen versehene Granulate enthaltend Polyethylene (ultra)hohen Molekulargewichts, und Verfahren zur Herstellung von Granulaten, aus additivierten (ultra)hochmolekularen Polyethylenen.

Polyethylene hohen und ultrahohen Molekulargewichts (nachstehend auch "HMW-PE" oder "HMW-Polyethylen" bzw. "UHMW-PE" oder "UHMW-Polyethylen" genannt), werden wegen ihrer hervorragenden Eigenschaften, wie hoher Abriebfestigkeit, gutem Reibungsverhalten, ausgezeichnetem Zähigkeitsverhalten und hoher Chemikalienbeständigkeit in vielen Gebieten der Technik eingesetzt. Aufgrund seines günstigen mechanischen, thermischen und chemischen Verhaltens haben HMVV-PE und UHMW-PE in den verschiedensten Anwendungsgebieten Eingang als vielseitiger Werkstoff gefunden. Als Beispiele seien genannt die Textilindustrie, der Maschinenbau, die chemische Industrie und die Fördertechnik. Diese Polymeren ultrahohen Molekulargewichts sind zwar Thermoplaste, lassen sich aber auf den üblichen für die Verarbeitung von Thermoplasten geeigneten Vorrichtungen nicht ohne spezielle Maßnahmen und/oder nur unter Zusaiz von Hilfsmitteln verarbeiten.

So beschreibt die EP-A-889,087 eine Formmasse, die neben UHMW-PE ein Polyethylen hoher Dichte, ein Antioxidans, ein Fettsäuresalz, ein Amidwachs und als weitere Blendkomponente ein Fluorelastomer aufweist. Diese Formmasse lässt sich durch Extrusion auf üblichen Vorrichtungen verarbeiten. In der US-A-5,352,732 wird eine Formmasse beschrieben, die sich zu homogenen Kompositen aus UHMW-PE und Füllmaterialien verarbeiten lässt. Dabei wird ein UHMW-PE mit einer bimcdalen Molekulargewichtsverteilung eingesetzt.

Ein anderer Ansatz zur Verarbeitung von UHMW-PE besteht darin, spezielle

Vorrichtungen und/oder spezielle Verarbeitungsbedingungen einzusetzen. So beschreibt die EP-A-190,878 die Herstellung von extrudierten und verstreckten Filamenten aus UHMW-PE unter Einsatz eines speziellen Einschneckenextruders.

Aus der FR-A-2,669,260 ist eine speziell ausgestaltete Extruderschnecke bekannt, die sich zur Verarbeitung von UHMW-PE einsetzen lässt. Eine weitere Vorrichtung sowie ein Verfahren zur Extrusion von UHMW-PE ist aus der EP-A-590,507 bekannt. Dabei kommt ein speziell ausgestalteter Zweischneckenextruder zum Einsatz. Mit dieser Vorrichtung lassen sich die Polymerisate schonend verarbeiten und man erhält Profile mit einwandfreien Oberflächen, die frei von Poren und Lunkern sind und keine innere Spannungen aufweisen.

Granulate aus Polymeren sind in vielen Gebieten der Kunststoffverarbeitung eingeführt. Sie eignen sich wegen ihrer guten Dosier- und Verarbeitungseigenschaften zur einfachen Herstellung von Mischungen und als Vorprodukte zur Herstellung von Formlingen, beispielsweise im Spritzgussverfahren. Die Vorteile von Granulaten resultieren daraus, dass der Verwendungsmöglichkeiten von Werkstoffen manchmal dadurch Grenzen gesetzt sind, dass ihre Verarbeitbarkeit aufgrund der vorwiegenden Lieferform in pulverförmigem oder feinteiligem Zustand Probleme bereitet. So sind bei der Spritzgießverarbeitung des ultrahochmolekularem Polyethylen-Pulvers Einzugsschwierigkeiten bei Spritzgieß- und Extruderzylindern bekannt, die z.B. nicht über eine für die Pulververarbeitung vorteilhafte gekühlte Nutbuchse verfügen. Außerdem führt die Handhabung von pulverförmigen bzw. feinteiligen ultrahochmolekularen Polyethylenen häufig zu Staubproblemen, was bezüglich der Produkthygiene, z.B. bei Spritzgieß- und Extrusionsbetrieben auf Ablehnung des Materials durch den Verarbeiter stoßen kann. Das Staubproblem der pulverförmigen oder feinteiligen ultrahochmolekularen Polyethylene erfordert bei geschlossenen Lager- und Fördersystemen (Siloantagen und Vorratsbehälter) wegen der Gefahr von Staubexplosionen entsprechende Sicherheitsausrüstungen zur Ableitung elektrostatischer Ladung, was bei Konzessionierung von Neuanlagen entsprechende Kosten verursacht. Auch bei der klassischen Verarbeitungstechnik des UHMW-PE mittels der Presssintertechnik führt die Pulverform beim Zufahren der Pressen zu dem bekannten "blow out" (dem Ausblasen von Pulverpartikeln in die

Umgebung), was zu erheblichen Reinigungsarbeiten der gesamten Umgebung der Pressen führt. Abhilfe schafft hier dann nur ein langsames Zufahren der Pressen, um den Pulveraustrieb zu minimieren, was jedoch einen entsprechenden Zeitaufwand erfordert und letztlich einen Kapazitätsverlust der Pressen bedeutet.

Ferner kann die mangelhafte Rieselfähigkeit der UHMW-PE Pulver zu Produktionsstörungen bei der Verarbeitung mittels Spritzguss-, Ramextrusions- und Extrusionstechnik führen, da sich in den Vorratsbehältern durch Brückenbildungen Materialflussstaus einstellen können. Ebenfalls erlaubt es die schlechte Rieselfähigkeit von UHMW-PE Pulvern nicht, dass dünne Platten (< 8 mm Dicke, je nach Formengröße) mittels der Presstechnik direkt herstellbar sind, da sich das Pulver nur sehr schlecht gleichmäßig über die Formenfläche verteilen lässt und/oder beim Zufahren der Presse sich durch das schon erwähnte "blow out" Kanäle in der Pulverschicht bilden, die in der so gepressten Plätte dann zu Hohl- bzw. Einfallstellen und damit zum Ausschuss dieser Erzeugnisse führen kann.

Zur Abhilfe dieser Nachteile wurde bereits vorgeschlagen, aus dem Pulver kalt verpresste Pellets herzustellen (vergl. DE-A-43 210 351). Es hat sich jedoch herausgestellt, dass diese Pellets keine ausreichende Kornfestigkeit besitzen. Dieses hatte zur Folge, dass keine ausreichende Transportstabilität der Pellets erreicht wurde und dass ein erheblicher Teil der gepressten Pellets bei der Verarbeitung wieder zu Pulver zerfiel. Somit traten die oben aufgeführten Nachteile bei den Verarbeitungstechniken wieder auf. Außerdem erfordert die Herstellungstechnik der Pellets in Abhängigkeit der Modifizierung mit z.B. Farbpigmenten oder Füllstoffen, jeweils den Einsatz einer geeigneten, verschieden dicken Matrize, was zu enormen Kosten an Rüstzeiten führen kann.

Diese Probleme treten bei der Granulierung über die Schmelze nicht auf, da Zuschlagstoffe wie Pigmente, Additive und Füllstoffe ohne Änderungen des Maschinenaufbaues problemlos verarbeitet werden können.

)

Granulate enthaltend Polyethylene hohen oder ultrahohen Molekulargewichts und Füll- und/oder Verstärkungsstoffe sind bislang nicht beschrieben geworden.

Es wurde nun gefunden, dass mit Hilfe eines besonderen Extrusionsverfahrens die Herstellung von derartigen Granulaten möglich wird.

Die vorliegende Erfindung betrifft Granulate enthaltend Polyethylene hohen und/oder ultrahohen Molekulargewichts und Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe.

Als Polyethylene hohen oder ultrahohen Molekulargewichts lassen sich beliebige Homo- und Copolymere einsetzen, sofern diese ein hohes bzw. ultrahohes Molekulargewicht aufweisen und sich von Ethylen als Monomer ableiten, das gegebenenfalls in Kombination mit weiteren ethylenisch ungesättigten Kohlenwasserstoffen oder deren Kombinationen eingesetzt wird.

Als HMW-PE bezeichnet man ein Polyethylen mit einem Molekulargewicht, gemessen viskosimetrisch, von mindestens  $1 \times 10^5$  g/mol, vorzugsweise von  $3 \times 10^5$  bis  $1 \times 10^6$  g/mol. Unter UHMW-PE versteht man Polyethylene mit einem mittlerem Molekulargewicht, gemessen viskosimetrisch, von mindestens  $1 \times 10^6$  g/ Mol, vorzugsweise von  $2.5 \times 10^6$  bis  $1.5 \times 10^7$  g/mol. Die Methode zur viskosimetrischen Bestimmung des Molekulargewichtes ist zum Beispiel in CZ - Chemische Technik 4 (1974), 129 beschrieben.

Diese UHMW-Polyethylene können als Ausgangsprodukte zur Herstellung der erfindungsgemäßen Granulate in Partikelform verschiedenster Morphologie, insbesondere in Pulverform, vorliegen. Die erfindungsgemäß eingesetzten UHMW-Polyethylene weisen üblicherweise eine Partikelgröße D<sub>50</sub> von 1 bis 600 μm, vorzugsweise von 20 bis 300 μm, insbesondere von 30 - 200 μm auf.

Als Füllstoffe und/oder Verstärkungsstoffe können die erfindungsgemäßen Granulate die unterschiedlichsten Additive enthalten, die dem Weiterverarbeitungsprodukt gewünschte Eigenschaften verleihen. Dazu zählen beispielsweise Farbstoffe oder organische oder anorganische Pigmente, wie Azo- und Diazopigmente, Metallkomplexpigmente, Titandioxid, Eisenoxid, Chromoxid, Ultramarin Pigmente, Aluminiumsilikat-Pigmente oder Ruß; Antistatika, wie Ruß; Verstärkungsmittel, wie

Fasern aus unterschiedlichsten Materialien, wie Glas, Kohlenstoff oder Metall; oder mineralische Füllstoffe, wie Calciumcarbonat, Kaolin, Tone, Titandioxid, Aluminium-Trihydrat, Wollastonit, Talkum, Pyrophyllit, Quarz, Silikate, Bariumsulfat, Antimonoxid, Glimmer, Calciumsulfat, Magnesiumhydroxid oder Feldspat; synthetische Füllstoffe, wie Ruß, synthetische Silikate, feste und hohle Microsheres, auf Glas basierende Additive, metallische Additive, wie [Pulver, wie] Aluminium-, Eisen- oder Silberpulver, oder magnetische Additive.

Bevorzugte Füllstoffe sind Ruß, Graphit, Metallpulver, wie Aluminiumpulver, mineralische Pulver, wie Wollastonit, Verstärkungsfasern, wie Glas-, Kohlenstoffoder Metallfasern einschließlich Whiskern, oder Glaskugeln.

Der Gehalt an Füll- und/oder Verstärkungsstoffen im erfindungsgemäßen Granulat beträgt üblicherweise bis zu 60 Gew.%, bezogen auf das Granulat. Bevorzugt wird ein Bereich von 0,1 bis 40 Gew.%.

Die erfindungsgemäßen Granulate können beliebige Form aufweisen, die durch die Art der Herstellung vorgegeben ist. So kann das Granulat beispielsweise scheibenförmig sein, wobei deren Kanten abgerundet sein können. Der Durchmesser der Granulatpartikel beträgt üblicherweise 0,5 bis 5 mm, insbesondere 1,5 bis 4 mm.

Die Herstellung des erfindungsgemäßen Granulates mit oder ohne Additive kann mit einer abgewandelten Vorrichtung gemäß EP-B-590,507 erfolgen.

Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung von Granulaten enthaltend HMW und/oder UHMW-Polyethylene und Füll- und/oder Verstärkungsstoffe mit Hilfe eines Extruders, vorzugsweise eines Einschneckenextruders, dessen Schneckenwelle in eine Einzugszone, eine Umwandlungszone und eine Ausstoßzone gegliedert ist, und dessen Schneckenwelle zumindest in der Umwandlungszone als Barriereschnecke ausgelegt ist umfassend die Schritte:

a) Zuführen von pulverförmigem bis kleinteiligem HMW- und/oder UHMW-Polyethylen und von Füll- und/oder Verstärkungsstoffen in die Einzugszone, die ein zweigängiger Schneckenabschnitt ist, der aus einem Förderbereich, dessen Länge das 2- bis 16-fache, und einem Dekompressionsbereich, dessen Länge das 5-bis 8-fache des Schneckendurchmessers beträgt, gebildet wird, und dessen Schneckenwelle im Bereich der Einzugszone eine Gangtiefe von 4 bis 10 mm aufweist.

- b) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle durch die Einzugszone,
- c) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle in die Umwandlungszone, die aus einem Scherbereich besteht, dessen Länge das 1- bis 6-fache des Schneckendurchmessers beträgt und
- d) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle in die Ausstoßzone, die einen Mischbereich umfasst, dessen Länge sich auf das 1- bis 4-fache des Schneckendurchmessers beläuft,
- e) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle durch eine Düse vorbestimmter Geometrie unter Ausbildung mindestens eines Stranges des Extrudats, und
- f) Zerkleinern des mindestens einen Stranges des Extrudats in an sich bekannter Weise.

Anstelle des oben beschriebenen Einschneckenextruders lassen sich auch entsprechend ausgestaltete Extrusionssysteme, wie Doppelschneckenextruder bzw. Planetwalzenextrusionssysteme einsetzen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich durch den Einsatz eines speziell ausgestalten Extruders aus. Bei der Durchführung des Verfahrens sorgen die Schneckengeornetrie, die Drehzahl und die Temperaturführung entlang der Schneckenzylinder dafür, dass es nicht zu einer thermischen Schädigung des Kunststoffes infolge Abbau oder Zersetzung, d.h. durch Spaltung der Molekülketten

und damit zur Herabsetzung der mittleren Molmasse, kommt.

Die Förderung des UHMW-Polyethylens und der Additive durch den Extruder hindurch erfolgt üblicherweise bei Temperaturen von 110 bis 300°C, vorzugsweise von 130 bis 200°C. Die erforderliche Wärme kann dem Material auf zwei Wegen zugeführt werden, intern durch seine mechanische Beanspruchung als Reibungswärme und extern über Heizvorrichtungen.

Das so im Zylinder des Extruders erzeugte Extrudat wird mittels der Schnecke einer Lochscheibe zur Formung von Strängen zugeführt. Dabei hat es sich als vorteilhaft erwiesen, dass die Bohrungen der Lochscheibe bzw. die Zuführungen zur Lochscheibe im Übergangsstück direkt aus dem Schneckengang mit Extrudat gefüllt werden. Aufgrund der hohen Schmelzviskosität der UHMW-Polyethylene und der damit eingeschränkten Fließfähigkeit der Schmelze empfiehlt es sich, bei Benutzung eines Heißabschlagsystems mit einem vor der Lochscheibe zum Ablängen der Granulatgröße rotierenden Messerbalken, die Bohrungen gleichmäßig auf dem Umfang eines Lochkreises anzuordnen.

Die Dicke der Lochscheibe beträgt üblicherweise 5 bis 50 mm, bevorzugt 15 bis 40 mm und die Bohrungen haben Durchmesser von 0,5 bis 5,0 mm, insbesondere 1,5 bis 4,0 mm Durchmesser.

Zweckmäßig sind die Bohrungen mit konischen Einläufen ausgestattet, wobei der Einlaufwinkel 0,5 bis 5°, vorzugsweise 0,8 bis 1,5°, beträgt. Dadurch entsteht in der Bügelzone ein Druckanstieg, der durch entsprechende Einstellungen der Querschnittsgröße so bemessen wird, dass die Thermoplastpartikel zu einer homogenen Masse zusammensintern und die Formkörper eine glatte Oberfläche erhalten. Die aus der Lochscheibe austretenden Stränge können mit handels-üblichen Granuliervorrichtungen, wie Stranggranulatoren (auch Kaltabschlagverfahren genannt), Heißabschlaggranulatoren, Wasserring- bzw. Unterwassergranutatoren granuliert werden.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich unterschiedliche Typen HMW-bzw. UHMW-Polyethylene zusammen mit Füll- und/oder Verstärkungs-stoffen ebenso wie Mischungen aus verschiedenen Polyolefinen hohen und/oder ultrahohen Molekulargewichts zusammen mit Füll- und/oder Verstärkungsstoffen zu Granulat verarbeiten.

Neben HMW- und/oder UHMW-Polyethylenen können die erfindungsgemäßen Granulate weitere polymere Mischungsbestandteile enthalten. Beispiele dafür sind Polyethylene mit einer molaren Masse von etwa 10.000 bis etwa 600.000 g/mol.

5

5

)

)

Der Anteil dieser Polymeren in den Granulaten kann zwischen 1 und 90 Gew.%, vorzugsweise zwischen 10 bis 70 Gew.% liegen. Darüber hinaus kann das Polymerisat oder das Polymerisatgemisch Zusatzstoffe enthalten. Zu ihnen zählen z.B. übliche Verarbeitungshilfsmittel und Stabilisatoren wie Antistatika, Korrosionsschutzmittel, Licht- und Wärmestabilisatoren, wie UV-Stabilisatoren oder Antioxidantien.

Die erfindungsgemäßen Granulate lassen sich zu unterschiedlichen Formkörpern verarbeiten. Diesen können durch den Zusatz ausgewählter Füll- und/oder Verstärkungsstoffe gewünschte Eigenschaften verliehen werden. So führt beispielsweise der Zusatz von Glasfasern, Glaskugeln oder Wollastonit zu einer Erhöhung des E-Moduls und der Oberflächenhärte der aus diesem Granulat hergestellten Produkte. Diese Eigenschaften werden beispielsweise gefordert bei Einlauf- und Führungselementen in Verpackungs- und Abfüllanlagen, in der Transport-. Förder- und Lagertechnik und in der Papier- und Zellstoffindustrie.

Durch die Einlagerung von Ruß in HMW- bzw. UHMW-Polyethylene können Produkte antistatisch ausgerüstet werden. Weiterhin zeigen mit Ruß additivierte Produkte aus HMW- bzw. UHMW-Polyethylen eine verbesserte UV-Beständigkeit. Anwendung für diese Materialien sind Einlauf- und Führungselemente Einlauf- und Führungselementen in Verpackungs- und Abfüllanlagen, in der Transport-, Förderund Lagertechnik, sowie im Sport- und Freizeitbereich.

Granulate aus HMW- bzw. UHMW-Polyethylen und Aluminium/Graphit-Mischungen lassen sich beispielsweise zu Produkten verarbeiten, bei denen eine verbesserte Wärmeleitfähigkeit gefordert ist. Dies ist besonders erforderlich bei hochbeanspruchten Maschinenelementen, bei denen die Reibungswärme abgeführt werden muß, z.B. Lager oder Rammhaubenfutter. Weiterhin zeigen die aus diesen Granulaten hergestellten Produkte ein verbessertes Gleitreibungsverhalten.

Die Weiterverarbeitung kann nach für den Fachmann für hohe bzw. ultrahohe Polyethylene bekannten Verarbeitungsverfahren erfolgen. Beispiele dafür sind Spritzguss, Schneckenextrusion, Ramextrusion, Pressverarbeitung und Sintern.

Die Erfindung betrifft auch die Verwendung der oben beschriebenen Granulate zur Herstellung der genannten Elemente und Vorrichtungen.

In den nachfolgenden Beispielen werden die Herstellung und die Eigenschaften verschiedener additivierter Granulate beispielhaft beschrieben; die Erfindung ist jedoch nicht auf die dargestellten Ausführungsformen beschränkt.

#### **Experimenteller Teil**

#### Verwendete Komponenten:

In Tabelle 1 sind die Eigenschaften der verwendeten UHMW-PE`s dargestellt (Lieferant: Ticona GmbH, Kelsterbach, Deutschland; Handelsname: GUR®). Diese Werte wurden nach folgenden Prüfverfahren bestimmt:

Dichte:

ISO 1183, Verfahren A

Viskositätszahl:

ISO 1628 Teil 3,

Konz, in Dekahydronaphthalin: 0,0002 g/ml

Schüttdichte:

**DIN 53 466** 

Dehnspannung:

ISO 11542-2

Kerbschlagzähigkeit:

ISO 11542 Teil 2

Streckspannung:

ISO 527 Teil 1 und 2

E-Modul:

ISO 527 Teil 1 und 2

Spez. Oberflächenwiderstand: ISO 291-23/50

Kugeldruckhärte (30 sec Wert;

Prüfkraft 358 N)

ISO 2039, Teil 1

Verschleiß nach dem Sand-slurry-Verfahren (relativ zu GUR 4120 = 100)

a) Eigenschaftsbereich der verwendeten Polyethylene

#### Tabelle 1

Eigenschaften	Eigenschaftsbereich der		
	verwendeten Polyethylene		
Dichte (g/cm³)	0,92 bis 0,96		
Viskositätszahl (ml/g)	200 bis 5000		
mittlere molare Masse*) (g/mol)	1,5 * 10 <sup>5</sup> bis 1,5 * 10 <sup>7</sup>		
Dehnspannung (MPa)	0,1 bis 0,8		
Schüttdichte (g/cm³)	0,20 bis 0,5		
Streckspannung (MPa)	≥ 17		
E-Modul (MPa)	570 bis 1060		
Kerbschlagzähigkeit (kJ/m²)	25 bis 250		
Verschleiß (nach Sand-slurry Verfahren)	70 bis 250		
Spez. Oberflächenwiderstand (Ω)	> 10 <sup>12</sup>		

<sup>\*)</sup> rechnerisch ermittelte molare Masse nach Margolies-Gleichung  $M = 5.37 \cdot 10^4 \cdot [\eta]^{1.49}$ ;  $\eta$  in dl/g

#### b) Verwendete Additive

5

Die in der Tabelle angegebenen Werte entsprechen denen, die der Hersteller auf seinen Datenblättern veröffentlicht hat

Tabelle 2

	Ruß	Graphit	Aluminium	Wollastonit	Glaskugeln	Glasfaser
Form	Pulver	Pulver	Pulver	Pulver/-	Kugeln	Gemahlener
			_	Granulat		Glasfaser-
						füllstoff
Farbe	schwarz	graphit-	grau	Weiß	Farblos	Weiß /
		grau				hellgrau
Dichte	1,7-1,9	2,26	2,69	2,8-3,1	2,6	2,55-2,66
(g/cm <sup>3</sup> )		-				
Smp. (°C)	>3000	-	660	1540	ca. 730)	ca. 840 <sup>°)</sup>

<sup>\*)</sup> Erweichungspunkt bzw. Erweichungstemperatur

#### Beispiele

Die Herstellung der Granulate erfolgte durch mechanisches Vermischen eines definierten UHMW-PE's mit einer bestimmten Additivkomponente in einem Schnellmischer. Diese Mischung wurde dann dem beschriebenen Extruder zugeführt.

Die Ergebnisse der Prüfung der Eigenschaften der einzelnen Granulatzusammensetzungen sind in Tabelle 4 dargestellt.

#### Beispiel 1

Zusammensetzung des Granulats: 95 Gew.% GUR 4113 und 5 Gew.% Ruß

#### Beispiel 2

Zusammensetzung des Granulats: 97,5 Gew.% GUR 4113 und 2,5 Gew.% Ruß

==

#### Beispiel 3

Zusammensetzung des Granulats: 60 Gew.% GUR 2122, 30 Gew.% Aluminiumpulver und 10 Gew.% Graphit

5 Beispiel 4

Zusammensetzung des Granulats: 75 Gew.% GUR 4113 und 25 Gew.% Wollastonit

0 Beispiel 5

Zusammensetzung des Granulats: 95 Gew.% GUR 4113 und 5 Gew.% Mikroglaskugeln

5 Beispiel 6

Zusammensetzung des Granulats: 70 Gew.% GUR 2122 und 30 Gew.% Mikroglaskugeln

0 Beispiel 7

5

Zusammensetzung des Granulats: 70 Gew.% GUR 2122 und 30 Gew.% Mikroglasfasern

Eigenschaften der erfindungsgemäßen Granulate

Die angegebenen Daten wurden an Probekörpern unter Laborbedingungen aus gepressten Platten ermittelt.

==

Tabelle 4

Beispiel	Dichte	Kerbschlag-	E-Modul	Kugeldruck-	Verschleiß	Oberflächen
_	(g/cm <sup>3</sup> )	zähigkeit	(MPa)	härte (N/mm²)		-widerstand
		(mJ/mm²)				(Ω)
1	0,96	154	791	36	137	96
2	0,94	165	718	33	143	290
3	1,22	60	1321	54	178	1,5 ·10 <sup>8</sup>
4	1,12	30	1028	42	229	7,6 ·10 <sup>14</sup>
5	0,96	181	743 .	34	137	8,1 -1014
6	1.12	43	868	40	210	2,6 ·10 <sup>12</sup>
7	1,15	82	1367	45	259	7,1 -10,14

= -

#### Patentansprüche

5

5

0

5

0

- Granulate enthaltend Polyethylen hohen und/oder ultrahohen Molekulargewichts und Füll- und/oder Verstärkungsstoffe.
- 2. Granulate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyethylen ein Polyethylen ultrahohen Molekulargewichts ist.
- 3. Granulate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Füll- und/oder Verstärkungsstoffe in einer Menge von bis zu 60 Gew.%, vorzugsweise 0,1 bis 40 Gew.%, bezogen auf das Granulat, vorliegen.
- 4. Granulate nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Füll- und/oder Verstärkungsstoffe ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Farbstoffen, organischen oder anorganischen Pigmenten, Antistatika, Verstärkungsmitteln, mineralischen Füllstoffen oder synthetischen Füllstoffen.
- 5. Granulate nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Füll- und/oder Verstärkungsstoffe ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Ruß, Graphit, Metallpulver, insbesondere Aluminiumpulver, mineralische Pulver, insbesondere Wollastonit, Verstärkungsfasern, insbesondere Glas-, Kohlenstoffoder Metallfasern einschließlich Whiskern, oder Glaskugeln.
- 6. Verfahren zur Herstellung von Granulaten nach Anspruch 1 mit Hilfe eines Extruders, dessen Schneckenwelle in eine Einzugszone, eine Umwandlungszone und eine Ausstoßzone gegliedert ist, und dessen Schneckenwelle zumindest in der Umwandlungszone als Barriereschnecke ausgelegt ist umfassend die Schritte:
  - a) Zuführen von pulverförmigem bis kleinteiligem HMW- und/oder UHMWPolyethylen und von Füll- und/oder Verstärkungsstoffen in die
    Einzugszone, die ein zweigängiger Schneckenabschnitt ist, der aus einem
    Förderbereich, dessen Länge das 2- bis 16-fache, und einem
    Dekompressionsbereich, dessen Länge das 5-bis 8-fache des
    Schneckendurchmessers beträgt, gebildet wird, und dessen

Schneckenwelle im Bereich der Einzugszone eine Gangtiefe von 4 bis 10 mm aufweist,

b) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle durch die Einzugszone,

5

5

)

)

- c) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle in die
  Umwandlungszone, die aus einem Scherbereich besteht, dessen Länge
  das 1- bis 6-fache des Schneckendurchmessers beträgt und
- d) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle in die Ausstoßzone, die einen Mischbereich umfasst, dessen Länge sich auf das 1- bis 4-fache des Schneckendurchmessers beläuft,
- e) Transport des HMW- und/oder UHMW-Polyethylens und des Füllund/oder Verstärkungsstoffs mit Hilfe der Schneckenwelle durch eine Düse vorbestimmter Geometrie unter Ausbildung mindestens eines Stranges des Extrudats, und
- f) Zerkleinern des mindestens einen Stranges des Extrudats in an sich bekannter Weise.
- 7. Verwendung der Granulate nach Anspruch 1 zur Herstellung von Formkörpern.
- 8. Verwendung der mit Glasfasern, Glaskugeln und/oder Wollastonit gefüllten Granulate nach Anspruch 1 zur Herstellung von Einlauf- und Führungselementen in Verpackungs- und Abfüllanlagen, in der Transport-, Förder- und Lagertechnik und in der Papier- und Zellstoffindustrie.
- 9. Verwendung der mit Ruß gefüllten Granulate nach Anspruch 1 zur Herstellung von Einlauf- und Führungselementen in Verpackungs- und Abfüllanlagen, in der Transport-, Förder- und Lagertechnik, sowie im Sport- und Freizeitbereich.
- 10. Verwendung von mit Aluminium und/oder Graphit gefüllten Granulaten nach Anspruch 1 zur Herstellung von Lager oder Rammhaubenfuttern.

#### Zusammenfassung

Gefüllte Granulate aus Polyethylenen hohen bzw. ultrahohen Molekulargewichts und Verfahren zu deren Herstellung

Beschrieben werden Granulate aus Polyethylen hohen und/oder ultrahohen Molekulargewichts. Die Granulate enthalten Füllstoffe und/oder Verstärkungstoffe sich mit an sich üblichen Verfahren zu Formkörpern verarbeiten.

Die Herstellung der Granulate kann auf einem speziell ausgestalteten Extruder erfolgen.

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
TLINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER:

#### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.